



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ(21), (22) Заявка: **2008104477/02, 05.02.2008**(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
05.02.2008(43) Дата публикации заявки: **27.05.2008**(45) Опубликовано: **27.05.2009** Бюл. № 15

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: **RU 2299253 C2, 10.06.2005. RU 2222622**
C2, 27.01.2004. RU 2221886 C2, 20.01.2004. US
4285914 A, 25.08.1981. WO 8908723 A1,
21.09.1989. GB 970992 A, 23.09.1964.

Адрес для переписки:

620002, г.Екатеринбург, К-2, ул. Мира, 19,
ГОУ ВПО "УГТУ-УПИ", центр
интеллектуальной собственности

(72) Автор(ы):

Зеленин Виктор Иванович (RU),
Самойлов Валерий Иванович (KZ),
Куленова Наталья Анатольевна (KZ),
Оналбаева Жанар Сагидолдиновна (KZ),
Шушкевич Людмила Владимировна (KZ),
Карташов Вадим Викторович (RU),
Денисова Эльмира Ивановна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Государственное общеобразовательное
учреждение высшего профессионального
образования "Уральский государственный
технический университет-УПИ" (RU)

(54) СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ЛИТИЯ ИЗ МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к переработке литийсодержащего сырья, в частности к способу извлечения лития из минерального сырья. Техническим результатом изобретения является расширение сырьевой базы литиевых производств, позволяющее удешевить процесс извлечения лития. Способ включает приготовление шихты из сырья и флюса в виде карбоната натрия, плавление шихты, водную грануляцию плава. Затем ведут измельчение

гранул, их распулповку, обработку серной кислотой и водное выщелачивание с извлечением лития в раствор в виде сульфата лития. При приготовлении шихты в качестве минерального сырья используют берилл-сподуменовый концентрат из расчета получения массового соотношения в ней $\text{SiO}_2/(\text{Na}_2\text{O}+\text{Li}_2\text{O})$, равного $2,0\div 2,3$. Водное выщелачивание ведут с дополнительным извлечением бериллия в виде сульфата бериллия. 1 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.

C22B 26/12 (2006.01)*C22B 35/00* (2006.01)*C22B 3/08* (2006.01)**(12) ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2008104477/02, 05.02.2008**(24) Effective date for property rights:
05.02.2008(43) Application published: **27.05.2008**(45) Date of publication: **27.05.2009 Bull. 15**

Mail address:

**620002, g.Ekaterinburg, K-2, ul. Mira, 19, GOU
VPO "UGTU-UPI", tsentr intellektual'noj
sobstvennosti**

(72) Inventor(s):

**Zelenin Viktor Ivanovich (RU),
Samojlov Valerij Ivanovich (KZ),
Kulnova Natal'ja Anatol'evna (KZ),
Onalbaeva Zhanar Sagidoldinovna (KZ),
Shushkevich Ljudmila Vladimirovna (KZ),
Kartashov Vadim Viktorovich (RU),
Denisova Ehl'mira Ivanovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Gosudarstvennoe obshcheobrazovatel'noe
uchrezhdenie vysshego professional'nogo
obrazovanija "Ural'skij gosudarstvennyj
tekhnicheskij universitet-UPI" (RU)**

(54) METHOD OF LITHIUM EXTRACTION FROM MINERAL RAW MATERIALS

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: invention relates to processing of lithium-bearing raw materials, particularly to method of lithium extraction from mineral raw materials. Method includes preparation of charge from the raw materials and flux in the form of sodium carbonate, charge melting, water melt granulation. Then it is implemented chipping of granules, its repulping, treatment by sulfuric acid and water leaching with extraction of lithium into solution in the form of

lithium sulphate. During the charge preparation in the capacity of mineral raw materials there is used beryl-spodumene concentrate at receiving of mass ratio in it $\text{SiO}_2/(\text{Na}_2\text{O}+\text{Li}_2\text{O})$, equal to $2.0\div 2.3$. Water leaching is implemented with additional extraction of beryllium in the form of beryllium sulphate.

EFFECT: raw materials base expansion of lithium manufacturing, providing reduce the price of the extraction process of lithium.

1 tbl, 1 ex

Изобретение относится к металлургии, в частности к переработке литийсодержащих концентратов берилла.

Промышленными источниками лития являются минералы сподумен $[\text{LiAl}(\text{Si}_2\text{O}_6)]$, лепидолит $[\text{KLi}_{1,5}\text{Al}_{1,5}(\text{Si}_3\text{AlO}_{10})(\text{F}, \text{OH})_2]$, [Химия и технология редких и рассеянных элементов. В 2 т. / Под ред. К.А.Большакова. - Т.2: Технология редких и рассеянных элементов. - М.: Высшая школа, 1969. - С.12-14], переработку концентратов которых осуществляют по серноокислотной технологии [Химия и технология редких и рассеянных элементов. В 2 т. / Под ред. К.А.Большакова. - Т.2: Технология редких и рассеянных элементов. - М.: Высшая школа, 1969. - С.25-34]. В силу тесной ассоциации лития и бериллия в рудах бериллиевые флотоконцентраты всегда содержат примесь лития [Химия и технология редких и рассеянных элементов. В 2 т. / Под ред. К.А.Большакова. - Т.2: Технология редких и рассеянных элементов. - М.: Высшая школа, 1969. - С.16-19, 115-116; Москевич М.М. Минерально-сырьевые ресурсы, производство и потребление бериллия, лития, ниобия и тантала в капиталистических странах. - М.: Недра, 1966. - С.22-93, 89, 122-159]. Так, содержание сподумена во флотоконцентрате берилла $[\text{Be}_3\text{Al}_2(\text{SiO}_3)_6]$, составляет 0,5 мас.% и более (в пересчете на литий) при содержании бериллия в указанном концентрате ~2 мас.% Таким образом, берилл-сподуменовые концентраты при повышенных содержаниях в них лития также могут рассматриваться в качестве промышленного источника лития, который целесообразно извлекать попутно с целевым компонентом (бериллием) при классической переработке указанных концентратов на технические соединения бериллия [Химия и технология редких и рассеянных элементов. В 2 т. / Под ред. К.А.Большакова. - Т.2: Технология редких и рассеянных элементов. - М.: Высшая школа, 1969. - С.122-126].

Известен способ извлечения лития из сподуменового концентрата [Самойлов В.И., Шипунов Н.И., Ядрышников М.В. Способ переработки сподуменовых концентратов. - Патент РФ 2222622. - 2004. Бюл. №3], принятый за аналог, предусматривающий предварительное плавление концентрата с флюсом (Na_2CO_3) и последующую грануляцию плава в воде, что приводит к образованию легко вскрываемого серной кислотой гранулята с переводом лития в водорастворимый сульфат.

Согласно способу-аналогу из сподуменового концентрата и карбоната натрия готовят шихту, в которой массовое соотношение $\text{SiO}_2/(\text{Li}_2\text{O}+\text{Na}_2\text{O})$ составляет $1,91\div 2,61$. Указанную шихту плавят при 1350°C , плав гранулируют в воде, затем измельчают. Измельченный гранулят обрабатывают разбавленной серной кислотой, сульфатизированный гранулят подвергают водному выщелачиванию с образованием раствора сульфата лития и нерастворимого отвального кека, которые разделяют фильтрованием пульпы выщелачивания.

Недостатками способа-аналога являются ограниченность его сырьевой базы сподуменовым концентратом, дороговизна многостадийного процесса разложения концентрата и его последующего вскрытия серной кислотой, включающего энергоемкую плавку концентрата с дорогостоящими флюсом, грануляцию плава, измельчение гранулята, сульфатизацию измельченного гранулята, водное выщелачивание сульфатизированного гранулята, разделение пульпы выщелачивания на раствор сульфата лития и нерастворимый отвальный кек.

Наиболее близким по совокупности признаков к заявляемому способу является серноокислотный способ извлечения лития из смеси сподуменового и лепидолитового концентратов [Самойлов В.И., Шипунов Н.И. Способ извлечения лития из смеси

лепидолитового и сподуменового концентратов: Патент РФ 2299253, 2007. Бюл. №14].

Для осуществления способа-прототипа готовят шихту из смеси лепидолитового и сподуменового концентратов из расчета получения массового соотношения в смеси $\text{SiO}_2/(\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}+\text{Li}_2\text{O})$, равного 4,5. К полученной смеси концентратов добавляют карбонат натрия из расчета получения массового соотношения в готовой шихте $\text{SiO}_2/(\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}+\text{Li}_2\text{O})$, равного 2,5. Приготовленную шихту плавят при 1350°C , плав гранулируют в воде, затем измельчают. Измельченный гранулят обрабатывают разбавленной серной кислотой, сульфатизированный гранулят подвергают водному выщелачиванию с образованием раствора сульфата лития и нерастворимого отвального кека, которые разделяют фильтрованием пульпы выщелачивания.

Недостатками способа-прототипа являются ограниченность его сырьевой базы сподуменовым и лепидолитовым концентратами, дороговизна многостадийного процесса разложения смеси концентратов лития и ее последующего вскрытия серной кислотой, включающего энергоемкую плавку смеси с дорогостоящим карбонатом натрия, грануляцию плава, измельчение гранулята, сульфатизацию измельченного гранулята, водное выщелачивание сульфатизированного гранулята, разделение пульпы выщелачивания на раствор сульфата лития и нерастворимый отвальный кек.

Задачей, на решение которой направлено заявляемое изобретение, является разработка способа переработки литийсодержащего минерального сырья, обеспечивающего расширение сырьевой базы литиевых производств, позволяющего удешевить процесс извлечения лития из минерального сырья.

Сущность заявляемого способа извлечения лития из минерального сырья заключается в том, что в отличие от известного способа-прототипа, включающего приготовление шихты из сырья и флюса в виде карбоната натрия, плавление шихты, водную грануляцию плава, измельчение гранул, их распульповку, обработку серной кислотой и водное выщелачивание с извлечением лития в раствор в виде сульфата лития, согласно заявляемому изобретению при приготовлении шихты в качестве минерального сырья используют берилл-сподуменовый концентрат из расчета получения массового соотношения в ней $\text{SiO}_2/(\text{Na}_2\text{O}+\text{Li}_2\text{O})$, равного $2,0\div 2,3$, а водное выщелачивание ведут с дополнительным извлечением бериллия в виде сульфата бериллия.

Решение поставленной задачи и достижение соответствующих технических результатов обеспечивается тем, что в заявляемом способе составляют шихту [из берилл-сподуменового концентрата и карбоната натрия с массовым соотношением $\text{SiO}_2/(\text{Na}_2\text{O}+\text{Li}_2\text{O})$, равным $2,0\div 2,3$], позволяющую в процессе ее плавки и водной грануляции плава получать легко вскрываемые серной кислотой бериллийлитийсодержащие фазы гранулята. Согласно заявляемому способу литий извлекают из его нового сырья - берилл-сподуменового концентрата, что позволяет расширить сырьевую базу литиевых производств. В заявляемом способе литий извлекают попутно с целевым компонентом (бериллием) из берилл-сподуменового концентрата с высоким содержанием бериллия традиционного сырья производств технических соединений бериллия. Это позволяет удешевить процесс извлечения лития из минерального сырья за счет комплексного использования данного сырья.

Пример осуществления способа.

Способ осуществляется на обычном оборудовании с использованием берилл-сподуменового концентрата с содержанием бериллия, лития и кремния 2,0 мас.%, 0,5 мас.% и 26,9 мас.% соответственно. Для осуществления заявляемого способа

готовят шихту из указанного концентрата и карбоната натрия с массовым соотношением $\text{SiO}_2/(\text{Li}_2\text{O}+\text{Na}_2\text{O})$ $2,0\div 2,3$. Приготовленную шихту загружают в графитовые тигли и плавят при 1350°C в течение 30 мин. Расплав сливают в воду с температурой $\sim 15^\circ\text{C}$, полученные гранулы измельчают. Измельченный гранулят распульповывают в воде при соотношении Т:Ж=1:0,8. В полученную пульпу добавляют 93%-ную серную кислоту из расчета 0,7 мл на 1 г плава. Образующиеся сульфаты выщелачивают водой при 95°C , Т:Ж=1:3 (по исходному грануляту) в течение 40 минут. Полученную сернокислую пульпу фильтруют, отфильтрованный кек подвергают 2-кратной фильтр-репульпационной отмывке водой, подкисленной серной кислотой до концентрации кислоты в воде 10 г/л, при 90°C , Т:Ж=1:6 (по исходному грануляту) в течение 15 минут. По остаточному содержанию лития и бериллия в отмытом кеке определяют полноту их извлечения в раствор.

В табл.1 приведены результаты осуществления заявляемого способа и для сравнения способа-прототипа.

Из данных табл.1 следует, что при осуществлении заявляемого способа извлечение лития и бериллия из берилл-сподуменового концентрата в сульфатный раствор составляет $99,0\div 99,5$ мас.% и $98,0\div 99,0$ мас.% соответственно (примеры 3 и 4).

Таблица 1				
Сравнительные показатели процесса переработки берилл-сподуменового концентрата по заявляемому способу и смеси из лепидолитового и сподуменового концентратов по способу-прототипу.				
№ примера	Способ реализации	Массовое соотношение $\text{SiO}_2/(\text{Li}_2\text{O}+\text{Na}_2\text{O})$ в исходной шихте в заявляемом способе [массовое соотношение $\text{SiO}_2/(\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}+\text{Li}_2\text{O})$ в исходной шихте в способе-прототипе]	Содержание Li (Be) в отвальном кеке, мг	Извлечение Li (Be) из концентратов в сульфатный раствор (по кеку), мас. %
1	Заявляемый способ	1,0	5(40)	99,5 (99,0)
2		1,6	5(40)	99,5 (99,0)
3		2,0	5(40)	99,5 (99,0)
4		2,3	10(80)	99,0 (98,0)
5		2,7	30(160)	97,0 (96,0)
6		3,3	60(280)	94,0 (93,0)
7	Способ-прототип	[2,5]	10	99,0
Примечание: в примерах 1-6 загрузка Li и Be с исходной шихтой составила соответственно 1 г и 4 г; в примере 7 загрузка Li с исходной шихтой составила 1 г.				

При переработке шихты с массовым соотношением $\text{SiO}_2/(\text{Li}_2\text{O}+\text{Na}_2\text{O})$ более 2,3 (примеры 5 и 6) извлечение лития и бериллия заметно снижается (до $94,0\div 97,0$ мас.% и $93,0\div 96,0$ мас.% соответственно). Снижение массового соотношения $\text{SiO}_2/(\text{Li}_2\text{O}+\text{Na}_2\text{O})$ в шихте ниже 2,0 (за счет увеличения количества карбоната натрия в шихте) (примеры 1 и 2) не влияет на извлечение лития и бериллия из берилл-сподуменового концентрата в сульфатный раствор и экономически нецелесообразно из-за увеличения при этом расхода флюса, энергозатрат на плавку, расхода серной кислоты.

Для сравнения с заявляемым изобретением в табл.1 представлены результаты сернокислотного вскрытия активированной смеси лепидолитового и сподуменового концентратов по способу-прототипу (пример 7), по которому извлечение лития из смеси концентратов в сульфатный раствор составляет 99,0 мас. %.

Таким образом, заявляемый способ позволяет комплексно извлекать из берилл-сподуменового концентрата как бериллий, так и литий, расширяя, тем самым, сырьевую базу литиевых производств. При этом бериллий является целевым продуктом технологии получения технических соединений бериллия, а литий -

побочным продуктом указанной технологии, что позволяет удешевить процесс извлечения лития из минерального сырья за счет комплексного использования сырья.

Формула изобретения

5 Способ извлечения лития из минерального сырья, включающий приготовление шихты из сырья и флюса в виде карбоната натрия, плавление шихты, водную грануляцию плава, измельчение гранул, их распульповку, обработку серной кислотой
10 и водное выщелачивание с извлечением лития в раствор в виде сульфата лития, отличающийся тем, что при приготовлении шихты в качестве минерального сырья используют берилл-сподуменовый концентрат из расчета плучения массового соотношения в ней $\text{SiO}_2/(\text{Na}_2\text{O}+\text{Li}_2\text{O})$, равного $2,0\div 2,3$, а водное выщелачивание ведут с
15 дополнительным извлечением бериллия в виде сульфата бериллия.

20

25

30

35

40

45

50



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ИЗВЕЩЕНИЯ К ПАТЕНТУ НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

ММ4А Досрочное прекращение действия патента из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

Дата прекращения действия патента: 06.02.2010

Дата публикации: 20.10.2011

RU 2 356 961 C 2

RU 2 356 961 C 2